

1) Family number: 20801219 (GB881179 A)

[Title:](#)

Organosilicon hydrides

[Priority:](#)[Priority map](#)[Family:
family explorer](#)

	Publication number	Publication date	Application number	Application date	Links
DE1111183 B	19610720	DE196001018428	19600713		
FR1263091 A	19610605	FR19600833933	19600725		
GB881179 A	19611101	GB19590025992	19590729		

[Assignee\(s\):](#)

ICI LTD

JACK JAMES

[Inventor\(s\):](#)
[International class \(IPC 8\):](#) C07F/08 C07F/12 (Advanced/Invention);
C07F/00 (Core/Invention)[International class \(IPC 1-7\):](#) C07F/12[European class:](#) C07F/08H C07F/12M4**Abstract:**

Source: GB881179A Alkyl hydrogen chlorosilanes are prepared from organo-polysiloxanes containing alkyl hydrogen siloxane units by heating the siloxane with aluminium chloride while distilling off the products. Temperatures of from about 150 DEG to -350 DEG C. are employed. The proportion of reactants is preferably such that the ratio of silicon to aluminium atoms is about 1:2 to 4:1. Specified alkyl groups are methyl and ethyl. In the examples they are all methyl and the products are mixtures of methyl chlorosilanes.

THIS PAGE BLANK (USPTO)



PATENTSCHRIFT 1111183

DBP. 1111183

KL. 12 o 26/03

INTERNAT.KL. C 07 f

ANMELDETAG: 13. JULI 1960

BEKANNTMACHUNG
DER ANMELDUNG
UND AUSGABE DER
AUSLEGESCHRIFT: 20. JULI 1961AUSGABE DER
PATENTSCHRIFT: 8. FEBRUAR 1962STIMMT ÜBEREIN
MIT AUSLEGESCHRIFT

1111183 (J 18428 IV b / 12 o)

1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Alkylhydrogenchlorsilanen.

Organopolysiloxane werden in großem Umfange für eine Vielzahl von Zwecken verwendet. Ab und zu kann es jedoch aus verschiedenen Gründen erwünscht sein, daß man die Polysiloxane in ein Organohalogensilan umwandelt. So kann beispielsweise das Polysiloxan wegen Verschlechterung durch lange Aufbewahrung, z. B. unter Bildung eines Gels, unverwendbar geworden sein. Solche Materialien sind für die normalen Anwendungen von Polysiloxanen wertlos, und eine Art ihrer Verwertung ist, daraus Organohalogensilane herzustellen, welche zur Herstellung von Polysiloxanen wieder verwendet werden können. Jedoch können nicht alle Polysiloxane mit gleicher Leichtigkeit und gutem Erfolg in Organohalogensilane verwandelt werden. Wenn die Polysiloxane Diorganopolysiloxane sind, ist es verhältnismäßig leicht, sie nach einer Anzahl Verfahren in Organohalogensilane zu verwandeln. Jedoch sind diese Verfahren auf Alkylhydrogenpolysiloxane nicht anwendbar, besonders wenn diese teilweise vernetzt sind.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Alkylhydrogenchlorsilanen, dadurch gekennzeichnet, daß ein Alkylhydrogenpolysiloxaneinheiten enthaltendes Organopolysiloxan mit Aluminiumchlorid durch Erhitzen umgesetzt wird und dabei gleichzeitig die so erhaltenen Alkylhydrogenchlorsilane abdestilliert werden.

Das Alkylhydrogenpolysiloxan kann beispielsweise ein Methylhydrogenpolysiloxan oder ein Äthylhydrogenpolysiloxan sein. Es kann auch in Form einer Mischung oder eines Mischpolymers mit anderen Organopolysiloxanen vorliegen, da die Anwesenheit anderer organischer Gruppen die Umsetzung zwischen den Alkylhydrogensiloxangruppen und dem Aluminiumchlorid nicht beeinflußt. Selbstverständlich werden die größten Vorteile der Umsetzung erhalten, wenn das umgesetzte Polysiloxan ein Alkylhydrogenpolysiloxan ohne andere Siloxangruppen ist.

Die Umsetzung kann durchgeführt werden, indem man die Reaktionspartner miteinander bei Temperaturen von ungefähr 150 bis ungefähr 350°C erwärmt. Normalerweise wird jedoch vorgezogen, Reaktionstemperaturen von ungefähr 180 bis 280°C zu verwenden. Die Reaktion wird auch normalerweise bei Atmosphärendruck durchgeführt; sie kann jedoch bei vermindertem Druck, falls gewünscht, oder sogar bei erhöhtem Druck durchgeführt werden.

Die Anteile der verwendeten Reaktionspartner können sehr verschieden sein. So kann beispielsweise das Siloxan in einer solchen Menge vorliegen, daß das

Verfahren zur Herstellung von Alkylhydrogenchlorsilanen

Patentiert für:

Imperial Chemical Industries Limited,
London

Beanspruchte Priorität:

Großbritannien vom 29. Juli 1959 und 10. Juni 1960

James Jack, Troon, Ayrshire (Großbritannien),
ist als Erfinder genannt worden

2

25 Verhältnis der Siliciumatome zu Aluminiumatomen von ungefähr 1 : 2 bis ungefähr 4 : 1 beträgt. Vorzugsweise werden jedoch Verhältnisse der Größenordnung von ungefähr 1 : 1 verwendet.

Die Reaktionspartner sollen miteinander erwärmt werden, bis kein Alkylhydrogenchlorsilan mehr abdestilliert. Dieses erfordert gewöhnlich eine Zeit von ungefähr 1 bis ungefähr 3 Stunden, je nach den verwendeten Reaktionspartnern, ihren Anteilen und den Bedingungen der Erwärmung.

35 Alle Teile und Prozente beziehen sich auf Gewicht.

Beispiel 1

17 Teile Aluminiumchlorid wurden mit 30 Teilen Methylhydrogenpolysiloxan mit Trimethylsilylendgruppen und einer Viskosität von 20 cP bei 25°C gemischt, und die Mischung wurde in einem zur Destillation eingerichteten Gefäß 1 Stunde auf eine Temperatur von 250°C erhitzt. Während dieser Zeit wurden 10,7 Teile Destillat mittels eines Wasserkühlers kondensiert und gesammelt. Nach der Analyse enthielt das Destillat 71% Methyldichlorsilan, 24,4% Dimethylchlorsilan und kleine Mengen Trimethylchlorsilan und Siliciumtetrachlорid.

Beispiel 2

40 134 Teile wasserfreies Aluminiumchlorid wurden mit 30 Teilen Methylhydrogenpolysiloxan mit Tri-

methylsilylendgruppen und einer Viskosität von 20 cP bei 25°C gemischt, und die Mischung wurde in einem Destillationsgefäß 1 Stunde auf 240°C erhitzt. Während dieser Zeit wurden 36,5 Teile Destillat mittels eines Wasserküblers kondensiert und gesammelt. Nach der Analyse enthielt das Destillat 75,7% Methyldichlorsilan, 2,5% Dimethylchlorsilan, 16,9% Methyltrichlorsilan und 5,1% Dimethyldichlorsilan.

Beispiel 3

133,5 Teile wasserfreies Aluminiumchlorid wurden mit 67 Teilen einer Mischung von gleichen Teilen von Dimethylpolysiloxan mit Trimethylsilylendgruppen und einer Viskosität von 750 cP bei 25°C und von Methylhydrogenpolysiloxan mit Trimethylsilylendgruppen und einer Viskosität von 20 cP bei 25°C in einem Destillationsgefäß gemischt. Es wurde 1,5 Stunden bei 290°C erhitzt, und während dieser Zeit destillierten 79,5 Teile Flüssigkeit ab und wurden gesammelt. Diese Flüssigkeit wurde bei 37 bis 71°C 20 redestilliert und ergab 76 Teile Silane mit 56% Gehalt an Methyldichlorsilan und 39% Gehalt an Dimethyldichlorsilan sowie Spuren von Trimethylchlorsilan, Siliciumtetrachlorid, Methyltrichlorsilan und Dimethylchlorsilan.

Beispiel 4

100 Teile wasserfreies Aluminiumchlorid wurden mit 30 Teilen Methylhydrogenpolysiloxan mit Trimethylsilylendgruppen und einer Viskosität von 20 cP bei 25°C in einem Destillationsgefäß erhitzt. Das Erhitzen wurde 1,5 Stunden bei einer Temperatur von 160 bis 260°C durchgeführt. Während dieser Zeit destillierten 33,7 Teile Flüssigkeit ab und wurden gesammelt. Diese Flüssigkeit wurde bei 29 bis 58°C 30 35

redestilliert und ergab 32,5 Teile einer Flüssigkeit mit einem Gehalt von 74,6% Methyldichlorsilan, 14,7% Methyltrichlorsilan, 5,0% Dimethyldichlorsilan und 5,0% Dimethylchlorsilan.

Beispiel 5

69 Teile wasserfreies Aluminiumchlorid wurden mit 31 Teilen eines Gels erhitzt, welches sich durch übermäßiges Altern des im Beispiel 4 verwendeten Methylhydrogenpolysiloxans gebildet und während dieser Zeit ungefähr 10% des direkt an Silicium gebundenen Wasserstoffs verloren hatte. Diese Mischung wurde 1,25 Stunden lang in einem Destillationsgefäß bei 230°C erhitzt. Während dieser Zeit destillierten 33,6 Teile Flüssigkeit ab und wurden gesammelt. Diese Flüssigkeit enthielt 87,2% Methyldichlorsilan, 8,8% Methyltrichlorsilan und 4% Dimethylchlorsilan.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Herstellung von Alkylhydrogenchlorsilanen, dadurch gekennzeichnet, daß ein Alkylhydrogensiloxaneinheiten enthaltendes Organopolysiloxan mit Aluminiumchlorid unter gleichzeitigem Abdestillieren der dabei erhaltenen Alkylhydrogenchlorsilane erhitzt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Umsetzung bei einer Temperatur von ungefähr 180 bis 280°C erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktionspartner in solchen Mengenanteilen verwendet werden, daß das Verhältnis von Siliciumatomen zu Aluminiumatomen ungefähr 1 : 1 ist.